ファインセラミックスの技術基盤構築と粉体工学

内 藤 牧 男

Makio NAITO

1. はじめに

粉体工学は、産業を支える基盤として、さらには基礎科学の一つとしても、今後の期待の大きい新しい学問分野の一つである。筆者の関連する材料分野においても、それは例外ではなく、粉体工学の発展が、まさに今後の産業の創成と発展につながると言っても良い状況にある。

特にファインセラミックス分野においては、我が国が優位性を持つ新産業分野の一つとして国の政策においても位置づけられており、いくつかの国家プロジェクトが活動を行っている。これらを概観すると、産業発展の技術基盤整備を目的としたものと、特定の研究開発を目的としたものとに二分される。しかし、新素材や情報通信、バイオなどの先端産業分野においては、これらを区別するよりも両輪として進めることが、最新の成果を迅速に実用化する上で有効であることは明らかであり、最近のプロジェクトではこの点が一つのポイントとして位置づけられている。

後者の個々のプロジェクトに関しては、別途紹介されると思われるので、ここでは前者のファインセラミックス分野における技術基盤整備事業について概観するとともに、粉体工学との接点について考えてみる。

2. ファインセラミックスの技術基盤整備計画

ファインセラミックス分野においては、1988年7月に日本工業標準調査会が取りまとめた「新素材の標準化の推進に関する建議」¹⁾において、標準化に関する基本計画が立案されている。この計画は、業界団体である(社)日本ファインセラミックス協会が取りまとめ役として立案されたものである。その後この計画をベースに、1997年4月に標準化を含むファインセ

ラミックスの技術基盤整備5ヶ年計画が産官学の連携によって取りまとめられた²⁾。さらに、1997年6月に通産省に知的基盤課が設置され、国として知的基盤整備が重点施策として推進されたことを受けて、1998年6月に「ファインセラミックスの知的基盤整備計画」³⁾が立案され、現在に至っている。

表1は、このようにして作成されたファインセラミックスの技術基盤整備項目の概要を簡単にまとめてみたものである。従来の標準化活動においては、世の中に定着した技術をJIS規格として作成することを主目的としていたが、ファインセラミックスのような新素材分野においては、材料の性能等を評価する方法自体から新たに開発することが、重要な事業となっている。即ち技術基盤整備事業は、最も研究開発要素の高いプロジェクトとして位置づけられるものである。

この材料試験・評価方法の開発に関しては、機械的熱的特性、電気・磁気・光学的特性、生体用人工材料、粉体及び製造プロセス関連並びに化学的特性と言うように、多岐に渡った分野における検討が行われている。この中で、粉体工学と最も密接に関係するのが、粉体及び製造プロセス関連分野である。余談になるが、ファインセラミックス分野においては、筆者を含む何人かの粉体工学会メンバーの努力もあって、粉体と言う用語が徐々に定着していることを特記したい。

さらに技術基盤の構築という観点から見た場合、材料試験・評価方法の開発に加えて、これらの測定結果の正しさを伝える媒体である標準物質の開発⁴⁾が、重要な役割を果たすことになる。この標準物質に関しても、粉体関連の評価方法に対応して、その開発が徐々に進められている。また、このようにして開発された試験評価方法を用いて取得された様々な材料特性データや、論文誌などに掲載されている数値情報や図表データなどの学術情報、さらには企業から出されているカタログ情報などのデータベースをそれぞれ開発し

2000年1月6日受付

(財)ファインセラミックスセンター 試験研究所

(〒456-8587 名古屋市熱田区六野2-4-1) TEL 052-871-3500

表1 ファインセラミックスの技術基盤整備項目の概要

分野		大項目
材料試験・評価方法の開発	機械的熱的特性	基本物性、力学的性質、熱的性質、強さ及び疲労、摩耗強さ、非破壊検査法 多孔体、複合材料、コーティング膜など
	電気・磁気・光学的特性	絶縁材料、誘電体、圧電体 半導体・導体、超電導体、磁性体 光学材料、薄膜材料など
	生体用人工材料	物理的性質、化学的性質 機械的性質、生体適合性など
	粉体及び製造プロセス関連	粉体特性、結晶性、スラリー・造粒・成形特性 焼結特性、加工特性、接合特性など
	化学的特性	化学組成分析、耐久性など
標準物質の開発		化学分析、粉体特性、機械的熱的特性 非破壊検査、電磁気的特性、加工性など
データベース（DB）の開発		用語、分類、学術情報データベース（DB） 生データDB、カタログDB
オープンマテリアルシステム（OMS）の開発		アルミナ、窒化ケイ素、窒化アルミニウム 炭化ケイ素、ムライトなど
設計手法の開発		設計基準、非破壊検査基準、保証試験 設計ハンドブックなど
製品規格		産業機械分野など

図1 技術基盤整備によるファインセラミックス産業の発展

て提供する事業も、技術基盤の重要な柱である。その他、設計手法の開発などが技術基盤整備の重要な事業として位置づけられている。

これらの事業は、それぞれ相互に関係しながら、ファインセラミックス産業発展のための技術基盤を形成することになる。図1は、技術基盤整備が具体的にど

のように産業に貢献するかを簡単にまとめたものである。この中で、特にプロセス科学の解明は、粉体特性・製造プロセスに関する評価技術の開発をベースとして初めて可能になるものである。その結果、低コスト製造プロセスの開発や高信頼性セラミックス部品の開発、さらにはセラミックス利用技術の開発やセラ

図2 粉体プロセスを用いた一般的なセラミックスの製造方法

表2 粉体・プロセス関係 JIS 並びに団体規格リスト (平成11年9月1日現在)

番 号	JIS 名称	制定年	ISO/TC206
JIS R 1603	ファインセラミックス用窒化けい素微粉末の化学分析方法	1987, 1994	
JIS R 1616	ファインセラミックス用炭化けい素微粉末の化学分析方法	1994	
JIS R 1619	ファインセラミックス粉末の液相沈降光透過法による粒子径分布測定方法	1995	
JIS R 1620	ファインセラミックス粉末の粒子密度測定方法	1995	○
JIS R 1622	ファインセラミックス原料粒子径分布測定のための試料調製通則	1995	○
JIS R 1626	ファインセラミックス粉体の気体吸着 BET 法による比表面積の測定方法	1996	○
JIS R 1628	ファインセラミックス粉末のかさ密度測定方法	1997	○
JIS R 1629	ファインセラミックス原料のレーザ回折・散乱法による粒子径分布測定方法	1997	
JIS R 1633	ファインセラミックス及びファインセラミックス粉体用の走査型電子顕微鏡 (SEM) 観察のための試料調製方法	1998	
JIS R 1634	ファインセラミックス焼結体密度・開気孔率の測定方法	1998	○
JIS R 1638	ファインセラミックス粉末の等電点測定方法	1999	
JIS R 1639-1	ファインセラミックス—か (顆) 粒特性の測定方法—第1部: か粒径分布	1999	
JIS R 1639-2	ファインセラミックス—か (顆) 粒特性の測定方法—第2部: かかさ密度	1999	
JIS R 1639-3	ファインセラミックス—か (顆) 粒特性の測定方法—第3部: 乾燥減量	1999	
JIS R 1639-4	ファインセラミックス—か (顆) 粒特性の測定方法—第4部: 流動度	1999	
JCRS 101-1978	けい酸質及びアルミノけい酸塩窯業原料中の五酸化りん定量方法	1978	
JCRS 102-1979	シリコンサンド分析方法	1979	
JCRS 103-1984	高アルミナ質窯業原料の分析方法	1984	
JCRS 104-1993	ファインセラミックス用アルミナ微粉末の化学分析方法	1993	
JCRS 105-1995	ファインセラミックス用窒化アルミニウム微粉末の化学分析方法	1995	

JCRS: (社) 日本セラミックス協会規格

○: ISO の WG にてドラフト作成中

ミックス全般の研究開発の促進に貢献することが期待されている。

3. 粉体工学の果たす役割

以上、ファインセラミックスの技術基盤整備の中で、粉体・製造プロセス分野が、産業発展の中核部分を担うことを説明した。ここではこの点について、もう少し技術的な観点から説明を加えてみる。

セラミックスの特性は、その組成に加えて焼結体の組織構造により決定される。このことは、セラミックスの機能や品質に、原料粉体の特性や製造プロセス条件が大きく影響することを示している。一般にセラミックスは、図2に示すように原料粉体を何らかの方法で成形、焼成して作るため、原料粉体の特性に加え

て、プロセス中間段階であるスラリー、造粒体、成形体などの諸特性が、焼結体の特性に大きく影響する。即ちセラミックスの開発には、原料粉体とそれをハンドリングする粉体技術が、まさにキーテクノロジーになると言える^{5, 6)}。

しかしながら、これまでセラミックスの製造技術は長くノウハウの中に閉じこめられてきた。それは、セラミックスの製造が、原料から製品に至るまで長く複雑な工程をとるためである。したがって、表1に示したように原料粉体から焼結体に至るまでのスラリーなどの諸特性を解析する評価技術の開発が、製造プロセスを科学的に解明する上で、不可欠な技術基盤となる。

そこで、この分野においては、まず粉体の基礎的

表3 今後開発・標準化が必要な粉体・プロセス関係試験評価方法³⁾

粉体特性	粒子径分布（電気的検知帯法，X線透過法など） 粒子径分布（0.1 μm 以下） 粗大粒子径 凝集構造 粒子形状 表面状態 など
スラリー・造粒・成形特性	スラリー粘度特性（粘度特性，液中凝集特性） 造粒体特性（強さ，内部構造，圧縮特性，空げき率，バインダー量，組成偏析） 成形体特性（気孔率・分布，組織構造，グリーン体強さ） 成形性（押出し流動性など） など
焼結特性	焼結体組織構造（粗大気孔，粗大粒子など） 脱脂減量，焼結収縮率 など
その他	化学組成分析（ジルコニアなど） 結晶性（相組成など） 加工特性 など

性から計画的に標準化が進められてきた。表2は、粉体・プロセス関係分野において、これまでにJISとして制定されたものをまとめてみたものであるが、比較的普及している評価技術から優先的に規格化されていることが分かる。またファインセラミックス分野の国際標準化はISO/TC206を我が国が幹事国として運営しており、現在これらの国際規格化も精力的に進めている。表には、現在TC206において国際規格のワーキンググループ（WG）が設置されているものも示してある。なお国際標準化においては、WTO（世界貿易機構）のTBT協定（貿易の技術的障害に関する協定）の合意を受けて、現在は国際標準化を優先的に実施し、それを基にJIS規格を作成するという方向に転換している⁷⁾。

一方表3には、今後開発・標準化が必要な粉体・プロセス関係試験評価方法について、表1をもう少し詳しく説明したものである。ここで見るように、原料粉体に対して求められる試験評価方法は、いわゆる共同測定による調査研究によって標準化可能な項目から、研究開発要素の高い内容へと高度化している。例えば、粉体中に極微量含まれる粗大粒子や粒子の凝集構造、粒子形状などは、セラミックスの特性に大きな影響を与えと言われるものの、その開発にはかなりの研究開発が要求される。さらに、粉体から焼結体に至るまでの各中間体の諸特性の評価方法の開発に重点が

置かれている点も特徴的である。これらの評価方法の開発に関しては、通産省工業技術院標準部やNEDO（新エネルギー・産業技術総合開発機構）などの支援を受けて、弊センターと大学や産業界の協力の基に精力的に進められている。

例えば、焼結体組織構造評価方法の開発に関しては、長岡技術科学大学の植松敬三教授を委員長として、焼結体強度などその品質に影響する粗大粒子や粗大気孔などの評価方法の開発が進められている。さらに、成形体組織構造評価に関しても、植松教授や名古屋工業大学の高橋実教授らを中心に、新しい評価方法の開発が行われている。また、一方で、原料粉体中の凝集粒子などの不均一性評価技術や、スラリー中の粒子凝集構造評価技術、造粒体の圧縮特性評価技術などについても、横浜国立大学の米屋勝利教授、東京工業大学の松尾陽太郎教授、東京農工大学の神谷秀博助教授らとの連携により、開発が進められている。このように、原料粉体から焼結体に至るまでの一連の評価方法の系統的な開発により、これまでブラックボックスの状態であった焼結体の基本特性に及ぼす粉体特性や製造プロセス条件の影響が初めて解析可能になり、その結果信頼性の高いセラミックスを低コストにて作製するための研究開発が加速されるものと期待される。さらに、これらの試験評価方法の開発に用いられたセラミックスの製造に関するデータを系統的に解析する

図3 第Ⅱ期「材料開発とスラリー設計に関する研究会」の計画概要

ことにより、高品質のセラミックスを作るための「生きた教科書」が作成できるものと期待される。これらは、研究論文などとして、着々と国内外に発信されている⁸⁾。

4. 技術基盤整備をベースとした新たなプロジェクト展開

このように技術基盤整備において、粉体工学は特に製造プロセス分野において大きく貢献していることが分かる。これらは、新しい材料開発研究を刺激することになり、そこからさらに新しい研究プロジェクトを生み出すことになる。ここでは、紙面の都合上その中で興味深い、民間企業向けプロジェクトを一つ紹介する。

これは「材料開発とスラリー設計に関する研究会」として、弊センターが民間企業に向けて平成11年度から発足したものである。この研究会では、セラミックスを作る際に最もノウハウとされるスラリー調製条件の確立をめざしたものであり、図3に示すようにセラミックスの顆粒・加圧成形プロセスと鑄込み成形プロセスをモデルのプロセスとして、スラリー調製条件から焼結体特性に至るまでを新しい解析ツールをベースにして、系統的に明らかにしようというものである。そして、その中で特に焼結体の割れや反りなどをなくすとともに、破壊源を除去した高信頼性のセラミックスを製造可能なスラリー設計条件を確立することを最終目的としている。

この研究会の特徴は主に二つある。一つは、モデルの製造プロセスを対象として系統的にデータを取得し、これらは参加企業にすべてオープンにすることに

ある。二つ目には、ここで用いた解析ツールを、研究会を通じて技術指導することにある。その結果、参加企業は、高品質のセラミックスを自社にて独自開発するのに必要な製造技術と解析ツールを同時に入手することが可能である。このプロジェクトにおいては、先述した米屋勝利教授を委員長とし、植松敬三教授、高橋実教授、神谷秀博助教授を委員とする研究開発委員会の指導の基に、弊センターが実行責任者となって、49社の企業の参加協力のもとに進めている。特にスラリー設計については、セラミックスのみならず顔料、塗料、CMP分野などから、バイオ関係、石炭灰や廃棄物の再処理関係、さらには材料分野においても有機高分子、金属とその複合化物に至るまで、幅広い産業において共通的な興味を引く分野である。これなどは、まさに粉体工学的課題と言えるだろう。筆者は、この研究会への参加状況にも、粉体工学の発展性を感じるものである。なお、本研究会は平成12年度も継続実施の予定であり、現在参加企業を幅広く募集しているところである。図3はその計画概要を示している。

5. プロジェクトの国際的展開

粉体工学をベースとする製造プロセス分野の研究開発は、最近海外からも注目されている。このことが、粉体工学をさらに世界的な規模で活性化するものとなる。例えば、米国セラミックス協会では、2年ほど前から、粉体・製造プロセス評価に関するセッションが大きく取り上げられている。これは、セラミックスのプロセス科学の構築が、学問的にも大きな位置づけを持っていることを示している。例えば、第100回米国

セラミックス協会においては、粉体・製造プロセス評価技術の特別セッションが設けられ、その報告内容のいくつかは、本としても出版されている⁹⁾。その中には、新しい研究もあれば、我々粉体工学の観点から見れば大変古いと言わざるを得ないものまで様々である。しかしながら、重要なことは、粉体工学以外の国際学会において、最も粉体工学的な課題が、トピックスとして大きく取り上げられている点である。

このように国際的な粉体・プロセス分野の研究への高まりに対応して、筆者らは現在いくつかの国際共同研究を展開している。その一つは、NEDOの国際共同研究プロジェクト（NEDO グラント）から委託されているものであり、平成11～13年度の3年間の予定で進めているものである。その研究目的は、原料粉体からスラリー、成形体、焼結体に至るまでの各不均質構造の系統的評価方法を国際的に開発することである。研究チームは、植松敬三教授をコーディネーターとし、旭硝子の奥宮正太郎特別研究員、NIST（米国標準技術研究所）の Dr. S. Freiman, Dr. V. Hackley, BAM（ドイツ材料技術研究所）の Dr. R. Waesche, Dr. T. Rabe, それに筆者の7名から構成されており、次年度からNPL（英国物理研究所）などからの追加参加も予定している。

先述したように、TBT 協定により各国バラバラであった規格は、国際規格に統合される方向に向かって

いる。このような流れの中で、我が国の有する最新の評価技術を国際的に信頼できる友人達と研究することは、研究者としての楽しみだけでなく、将来的に正しい国際規格を作る上での我が国の重要な戦略にもなる。

6. おわりに

以上粉体工学は、高品質・低コストセラミックスの開発と普及を図る上で、さらには新しい材料を開発する上でキーテクノロジーとなることを説明した。もちろんこれは、ファインセラミックスに限る訳ではなく、多くの産業が粉体工学の発展を待ち望んでいるものと思われる。

そのような中で、学会の役割はますます重要なものになっている。様々な産業、学問分野とのより一層の有機的連携が必要と思われる。また、このような国内外の連携を通じて、粉体工学を主人公とした新しいプロジェクトの創成が期待される。例えば、粉体工学会のグループ会などは、その一つの議論の場として大変貴重な場ではないだろうか？

なお、ここで紹介した具体的な事業以外にも、様々な技術基盤関連プロジェクトが展開されている。それぞれのプロジェクトにおいてご指導・ご協力頂いている大学、国研、産業界の皆様には、この場をお借りしてお例申し上げます。

引用文献

- 1) 日本工業標準調査会：「新素材の標準化の推進に関する建議」（1988年7月）
- 2) (財) ファインセラミックスセンター：平成8年度通商産業省工業技術院、工業標準化委託調査研究成果報告書「ファインセラミックスの試験・評価方法に関する基盤調査」（1997年4月）
- 3) 産業技術審議会・日本工業標準調査会合同会議知的基盤整備特別委員会報告書「我が国の知的基盤の充実に向けて」（1998年6月）
- 4) 内藤、馬場：「標準物質とその役割」、セラミックス、Vol. 34, No. 3, 150 (1999)
- 5) 内藤、堀田：「セラミックス製造における粒子の大きさ・形態評価の重要性」、粉体と工業、Vol. 31, No. 3, 52 (1999)
- 6) 内藤：「粉体・プロセス関連試験評価方法開発の動向」、セラミックス、Vol. 34, No. 4, 303 (1999)
- 7) 藤田、河原著：「国際標準が日本を包囲する」、日本経済新聞社発行 (1998)
- 8) 例えば、Hotta, T., K. Nakahira, M. Naito, N. Shinohara,

- M. Okumiya and K. Uematsu: "Origin of strength change in ceramics associated with the alteration of spray dryer", *J. Mater. Res.*, **14**, 2974 (1999); Shinohara, N., M. Okumiya, T. Hotta, K. Nakahira, M. Naito, and K. Uematsu: "Seasonal variation of microstructure and sintered strength of dry-pressed alumina", *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. **82**, 3441 (1999); Takao, Y., T. Hotta, K. Nakahira, M. Naito, N. Shinohara, M. Okumiya and K. Uematsu: "Processing defects and their relevance to strength in alumina ceramics by slip casting", *J. European Ceramics Soc.*, in press など。
- 9) Naito, M., T. Hotta, O. Hayakawa, N. Shinohara, M. Okumiya and K. Uematsu: "New characterization techniques to control the manufacturing process of fine ceramics, Advances in Process Measurements for Ceramic Industry", pp. 87-105, ed. by Jillavenkatesa, A., and G. Y. Onoda, American Ceramic Society (1999)